

PAT-NO: JP403081373A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03081373 A

TITLE: PRODUCTION OF COATING MATERIAL CONTAINING FINE POWDER

PUBN-DATE: April 5, 1991

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

SUEYOSHI, TOSHINOBU

KANZAKI, TOSHIO

TERASAWA, HIROAKI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
HITACHI MAXELL LTD	N/A

APPL-NO: JP01219094

APPL-DATE: August 25, 1989

INT-CL (IPC): C09D005/03, G11B005/842

ABSTRACT:

PURPOSE: To allow fine powders to be well dispersed in a coating material by dispersing them in a solvent, predispersing them with a rotary sparger, further dispersing them with a dispersion mill for effecting mixing and dispersion by crushing with the use of beads filled in a container, and mixing and dispersing the fine powders thus treated and a solvent containing a binder component.

CONSTITUTION: A coating material containing fine powders is prepared by dispersing them in a solvent, predispersing them in a rotary sparger for effecting mixing and dispersion by rotating a propeller or a disk in a container, further dispersing them with a dispersion mill, e.g. a sand mill, for effecting mixing and dispersion by crushing with the use of beads filled in a container, and mixing and dispersing the fine powders thus treated and a solvent containing a binder component. It is preferable to deposit a surface treatment, such as an aluminum compound or a coupling agent, on the surfaces of the fine powders before the addition of the binder component. Examples of the fine powders include magnetic powder, alumina, silica, chromium oxide, carbon black and red iron oxide.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報 (A) 平3-81373

⑬ Int.Cl.⁵C 09 D 5/03
G 11 B 5/842

識別記号

PNA

A

府内整理番号

7038-4J

7177-5D

⑭ 公開 平成3年(1991)4月5日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全6頁)

⑮ 発明の名称 微粉末を含む塗料の製造方法

⑯ 特願 平1-219094

⑰ 出願 平1(1989)8月25日

⑱ 発明者 末吉俊信 大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社
内⑲ 発明者 神崎壽夫 大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社
内⑳ 発明者 寺澤寛了 大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社
内

㉑ 出願人 日立マクセル株式会社 大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号

㉒ 代理人 弁理士 高岡一春

明細書

1. 発明の名称

微粉末を含む塗料の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 微粉末を溶剤中に分散し、次いで、これを容器内でプロペラまたはディスクを回転させて混合分散する回転式分散機で予備分散し、さらに容器内に充填したビーズで碎いて混合分散する分散機に入れて分散した後、この微粉末と結合剤成分を含む溶剤とを混合分散して調製することを特徴とする微粉末を含む塗料の製造方法

2. 容器内に充填したビーズで碎いて混合分散する分散機に入れて分散した後、結合剤成分を添加して混合分散する前に、さらに微粉末の表面処理剤を添加混合して微粉末の表面に表面処理剤を被着処理する請求項1記載の微粉末を含む塗料の製造方法

3. 微粉末が、磁性粉末である請求項1および2記載の微粉末を含む塗料の製造方法

4. 微粉末が、アルミナ、シリカ、酸化クロム

、カーボンブラック、ベンガラなどの非磁性微粉末である請求項1および2記載の微粉末を含む塗料の製造方法

5. 微粉末の表面処理剤が、アルミニウム化合物、ケイ素化合物、クロム化合物、ホウ素化合物などの無機化合物、カップリング剤、界面活性剤、有機金属化合物などから選ばれる少なくとも1種からなる化合物である請求項2記載の微粉末を含む塗料の製造方法

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は微粉末を含む塗料の製造方法に関し、さらに詳しくは微粉末を極めて良好に分散させた塗料の製造方法に関する。

〔従来の技術〕

一般に、粉末を含む塗料は、粉末を結合剤成分を含む溶液中に混合分散して調製され、磁性粉末を含む磁性塗料などは、結合剤成分を有機溶剤に溶解した溶液と混合し、まずニーダーで混練した後、ひきつづいてサンドミル等で分散して、調製さ

れる。

〔発明が解決しようとする課題〕

ところが、粉末が粒子径 $0.5 \mu\text{m}$ 以上の比較的大きな粉末であったり、粉末の生成過程で焼成や加熱還元を受けていない場合は、ホモミキサーやディスパー等の回転式分散機によって充分に分散することができても、粒子径 $0.5 \mu\text{m}$ 以下の微粉末や、磁性粉末のように、その製造過程で加熱処理が行われ、微細になるほど粒子間で強力な凝集体を作りやすい微粉末は、これらニードルでの混練とサンドミルでの分散工程を経ても良好に分散することができず、分散効率も悪いため、量産化規模になると、ますます分散に時間がかかり、現実的には、分散時間に多大な時間を費やすことはできないので分散不良を起こす結果となるという難点がある。

〔課題を解決するための手段〕

この発明は、かかる現状に鑑み種々検討を行った結果なされたもので、微粉末を溶剤中に分散し、次いで、これを容器内でプロペラまたはディス

クを回転させて混合分散する回転式分散機で予備分散し、さらに容器内に充填したビーズで碎いて混合分散する分散機に入れて分散した後、この微粉末に結合剤成分を含む溶剤を添加し、ニードル、サンドミルなどによる分散機によって、混合分散して調製することによって、微粉末を極めて良好かつ効率よく塗料中に分散させ、この微粉末の分散が極めて良好な塗料を塗布して形成される塗膜中に、微粉末を均一かつ高密度に充填させて塗膜の機械的特性を充分に向上させたものである。そして、微粉末が磁性粉末の場合は、機械的特性とともに電気的特性をも充分に向上させたものである。

また、容器内に充填したビーズで碎いて混合分散する分散機に入れて分散した後、分散後の微粉末に結合剤成分を含む溶剤を添加して混合分散する前に、さらに微粉末の表面処理剤を添加混合して微粉末の表面に表面処理剤を被着処理することによって、塗料中における微粉末の分散をさらに一段と向上し、塗膜の機械的特性をさらに一段と

向上させたものである。そして、微粉末が磁性粉末である場合は、機械的特性とともに電気的特性を、さらに一段と向上させたものである。

この発明における微粉末を含む塗料の調製は、微粉末を溶媒中に分散した後、これをまずホモミキサーあるいはディスパーなどの容器内で回転体を高速回転させて混合分散する回転式分散機に入れて分散し、さらにサンドミル等の容器内に充填したビーズで碎いて混合分散する分散機に入れて分散しているため、粒子径 $0.5 \mu\text{m}$ 以下の微粉末が充分に良好に、かつ効率よく分散され、磁性粉末のように、合成過程で、熱処理、加熱還元等により、粒子間の凝集や、表面被覆剤などによる粒子間の接着等が起こりやすい場合でも、長時間の分散を必要とせず、凝集体が均一に高分散化される。

しかし、さらに結合剤成分等を混合してから、ニードル、サンドミルによる分散をすれば、微粉末が極めて良好に、かつ効率よく分散された塗料が得られ、微粉末として微細な有色顔料を使用し

、さらに必要成分を混合分散して化粧品やペイント等を調製した場合は、色調が鮮やかで深い色彩の化粧品あるいはペイントが得られ、このペイントを用いれば色調が鮮やかで深い色彩の機械的特性に優れた塗装が施される。また、微粉末として磁性粉末を使用した場合は、分散時間が大幅に低減され、磁性粉末の分散が極めて良好な磁性塗料が調製されて、この磁性塗料をポリエチルフィルム等の基体フィルム上に塗布して磁性層を形成すると、磁性粉末の分散性および充填性に優れた磁性層が得られ、機械的特性および電気的特性に優れた磁気記録媒体が得られる。さらに、微粉末として研磨剤を使用した場合は、分散時間が大幅に低減されるとともに、研磨剤の分散が極めて良好な研磨塗料が調製され、この研磨塗料をポリエチルフィルム等の基体フィルム上に塗布して研磨層を形成すると、研磨剤の分散性および充填性に優れた研磨層が得られ、機械的特性および研磨特性に優れた研磨フィルムが得られる。

ディスパーあるいはホモミキサーなどの容器内

で回転体を高遡回転させて混合分散する回転式分散機での分散は、塊状の粉体を微細な凝聚体にまで分散する働きを示し、さらにサンドミル等の容器内に充填したビーズで碎いて混合分散する分散機での分散は、微粉末の種類や形態によって、ビーズ径、ビーズ充填率、ベッセル内容積、ディスク径、ディスク回転速度、スラリー吐出速度、スラリー滞留時間、温度などの条件を最適化することが好ましく、これらの条件を適宜調整して、粉末の凝聚物を効率よくほぐし、かつ過分散状態に至らないようにすることができる。これらの条件設定は、あらかじめ計算によって決められるが、材料の種類や形状にもよるので、実際には、実験によって最終的条件を決めるのが良い。

このように、ホモミキサーあるいはディスパーなどの容器内で回転体を高遡回転させて混合分散する回転式分散機での分散に続いて、さらにサンドミル等の容器内に充填したビーズで碎いて混合分散する分散機で分散された微粉末は、さらに微粉末の表面処理剤を添加混合して表面処理を行う

と、既に微粉末が良好に分散されているため、微粉末の表面処理剤による表面処理が容易かつ良好に行われ、表面処理剤が微粉末の表面に均一性よく良好に被着される。

このような微粉末の表面処理に使用される表面処理剤としては、アルミニウム化合物、ケイ素化合物、クロム化合物、ホウ素化合物などの無機化合物、界面活性剤、カップリング剤、有機金属化合物などから選ばれる少なくとも1種からなる化合物などが好適なものとして使用され、これらの表面処理剤が微粉末の粒子表面に被着されると、微粉末の結合剤成分との親和性が改善されたり、たとえば、金属鉄粉のように表面が極めて活性な微粉末では、表面の活性度を適度にして微粉末の凝聚が防止されたりして、微粉末の分散性がさらに一段と向上される。

しかし、微粉末として、このような表面処理剤で表面処理された有色顔料を使用して得られる化粧品あるいはペイント等の色彩等はさらに鮮やかで深くなり、このペイントを用いて塗装すれば

色調が鮮やかで深い色彩の機械的特性に優れた塗装が施される。また、表面処理剤で表面処理された磁性粉末を使用すれば、さらに一段と磁性粉末の分散性に優れた磁性塗料が調製され、これをポリエステルフィルム等の基体フィルム上に塗布して磁性層を形成すると、一段と機械的特性および電気的特性に優れた磁気記録媒体が得られる。さらに、表面処理剤で表面処理された研磨剤を使用すれば、さらに一段と研磨剤の分散性に優れた研磨塗料が調製され、これをポリエステルフィルム等の基体フィルム上に塗布して研磨層を形成すると、一段と機械的特性および研磨特性に優れた研磨フィルムが得られる。このような表面処理剤の微粉末に対する被着量は、微粉末に対して粒子の表面第1層を被覆する量以下が好ましいが、それ以上であってもさしつかえない。

微粉末としては、いずれも粒子径が $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 以下の磁性粉末や、アルミナ、シリカ、酸化クロム、カーボンブラック、ベンガラなどの非磁性微粉末などが良好に通用され、磁性粉末としては、た

とえば、 $\tau-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 微粉末、 Fe_3O_4 微粉末、 $\text{Co}\text{含有}\tau-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 微粉末、 $\text{Co}\text{含有}\text{Fe}_3\text{O}_4$ 微粉末、 CrO_3 微粉末、 Fe 微粉末、 Co 微粉末、 $\text{Fe}-\text{Co}-\text{Ni}$ 合金微粉末、 $\text{Fe}-\text{Ni}$ 合金微粉末、 $\text{Fe}-\text{Co}$ 合金微粉末、 $\text{Co}-\text{Ni}$ 合金微粉末、バリウムフェライト微粉末など、一般に磁気記録媒体に使用される磁性粉末がいずれも適用される。

(実施例)

次に、この発明の実施例について説明する。

実施例1

長軸が $0.25\text{ }\mu\text{m}$ 、針状比が $1/10$ 、保磁力が 900 エルステッドで、飽和磁化量が 75 esu/g の $\text{Co}\text{含有}\tau-\text{Fe}_2\text{O}_3$ 微粉末 5 kg を、 2.4 kg のイソプロピルアルコール中に入れ、ホモミキサーで 2.5 時間分散し、次いで、この懸濁液をサンドミルで分散した。ホモミキサーでの分散は、特殊機化工業社製、ホモミキサー-SL型を使用して、プロペラ回転数 8000 rpm で行い、サンドミルでの分散は、容量 2 l のサンドミルを使用し、

特開平3-81373 (4)

直径が1.68mmのN.Fガラスビーズを、ベッセル中ビーズ充填率80容量%で充填し、ディスク周速1800rpm、吐出速度400cc/minで行った。

次に、このスラリーを通過し、-60℃で減圧乾燥した後、塩化ビニル-酢酸ビニル系結合剤樹脂溶液中に磁性粉末および添加剤を入れて、ニーダで混練し、さらに溶剤で希釈後、サンドミル分散を行い、最後に潤滑剤、ウレタン系結合剤樹脂、架橋剤を添加し、混合分散して磁性塗料を調製した。

この磁性塗料を厚さ14μmのポリエステルフィルム上に乾燥厚さが3.5μmとなるように塗布、乾燥して磁性層を形成し、カレンダー処理後、所定の幅に裁断して磁気テープをつくった。

実施例2

実施例1における磁性塗料の調製において、長軸が0.25μm、針状比が1/10、保磁力が900エルステッドで、飽和磁化量が75emu/gのCo含有 τ -Fe₂O₃微粉末に代えて、長軸が0.20μm、針状比が1/8、保磁力が1550エ

ルステッドで、飽和磁化量が130emu/gの金属鉄粉を同量使用した以外は、実施例1と同様にして磁性塗料を調製し、磁気テープをつくった。

実施例3

粒径が0.5μmで、比表面積が5m²/gのアルミニナ微粉末6kgを、25kgのイソプロピルアルコール中に入れ、ホモミキサーで2.5時間分散し、次いで、この懸濁液をサンドミルで分散した。ホモミキサーでの分散は、特殊機化工業社製、ホモミキサーSL型を使用して、プロペラ回転数8000rpmで行い、サンドミルでの分散は、容量2Lのサンドミルを使用し、直径が2mmのジルコニアビーズを、ベッセル中ビーズ充填率80容量%で充填し、ディスク周速1800rpm、吐出速度400cc/minで行った。

次に、このスラリーを通過し、-60℃で減圧乾燥した後、塩化ビニル-酢酸ビニル系結合剤樹脂溶液中に、このアルミニナ微粉末を入れてニーダで混練し、さらに溶剤で希釈後、サンドミル分散を行い、最後に潤滑剤、ウレタン系結合剤樹脂、

架橋剤を添加し、混合分散して研磨塗料を調製した。

この研磨塗料を厚さ12μmのポリエステルフィルム上に乾燥厚さが5μmとなるように塗布、乾燥して研磨層を形成し、所定の幅に裁断して研磨テープをつくった。

実施例4

長軸が0.20μm、針状比が1/8、保磁力が1550エルステッドで、飽和磁化量が130emu/gの金属鉄粉5kgを、24kgのイソプロピルアルコール中に懸濁し、アルゴンガスを通氣して空気酸化の影響を排除しながら、ホモミキサーで2.5時間分散し、次いで、この懸濁液をサンドミルで分散した。ホモミキサーでの分散は、特殊機化工業社製、ホモミキサーSL型を使用して、プロペラ回転数8000rpmで行い、サンドミルでの分散は、容量2Lのサンドミルを使用し、直径が1.68mmのN.Fガラスビーズを、ベッセル中ビーズ充填率80容量%で充填し、ディスク周速1800rpm、吐出速度400cc/minで行った。

次に、アルゴンガスを通氣して空気酸化の影響を排除しながら、分散後のスラリーに18kgのイソプロピルアルコールを追加してプロペラ攪拌機で混合し、つづいてプロペラ攪拌しながら、テトラメトキシシラン((CH₃O)₄Si)270mlを添加し、さらに30分間攪拌をつづけた。そして、スラリーの温度を徐々に上げて60℃に到達してから、さらに60分間攪拌しつづけた。次いで、このスラリーに40ml/minの滴下スピードで1200mlの純水を滴下し、滴下終了後、4時間攪拌しながら熟成した。しかし後、スラリーを通過し、80℃で真空乾燥して、表面にケイ素化合物を被着した金属鉄粉を得た。この金属鉄粉におけるケイ素化合物の被着量は、Si/Feにして1重量%であった。

次に、この表面にケイ素化合物を被着した金属鉄粉を使用し、塩化ビニル-酢酸ビニル系結合剤樹脂溶液中にこの金属鉄粉を入れて、ニーダで混練し、さらに溶剤を混ぜて希釈し、サンドミル分散して、最後に、潤滑剤、ウレタン系結合剤樹脂

、添加剤を加えて、混合分散して磁性塗料を調製した。

この磁性塗料を厚さ $12\text{ }\mu\text{m}$ のポリエステルフィルム上に乾燥厚さが $4\text{ }\mu\text{m}$ となるように塗布、乾燥して磁性層を形成し、カレンダー処理後、所定の幅に裁断して磁気テープをつくった。

実施例 5

粒径が $0.5\text{ }\mu\text{m}$ で、比表面積が $5\text{ m}^2/\text{g}$ のアルミナ微粉末 6 kg を、 2.5 kg のイソプロピルアルコール中に入れ、ホモミキサーで 2.5 時間分散し、次いで、この懸濁液をサンドミルで分散した。ホモミキサーでの分散は、特殊機化工業社製、ホモミキサーSL型を使用して、プロペラ回転数 8000 rpm で行い、サンドミルでの分散は、容量 2 L のサンドミルを使用し、直径が 2 mm のジルコニアビーズを、ベッセル中ビーズ充填率 80% 容量%で充填し、ディスク周速 1800 rpm 、吐出速度 400 cc/min で行った。

次に、アルゴンガスを通気して空気酸化の影響を排除しながら、分散後のスラリーに 1.8 kg のイ

ソプロピルアルコールを追加してプロペラ攪拌機で混合し、つづいてプロペラ攪拌しながら、テトラメトキシシラン[(CH₃O)₄Si] 30ccを添加し、さらに 30 分間攪拌をつづけた。そして、スラリーの温度を徐々に上げて 60°C に到達してから、さらに 60 分間攪拌しつづけた。次いで、このスラリーに 40 cc/min の滴下スピードで 10.0 cc の純水を滴下し、滴下終了後、 4 時間攪拌しながら熟成した。しかる後、スラリーを通過し、 80°C で真空乾燥して、表面にケイ素化合物を被着したアルミナ微粉末を得た。このアルミナ微粉末におけるケイ素化合物の被着量は、S1/A1にして 2 重量%であった。

次に、この表面にケイ素化合物を被着したアルミナ微粉末を使用し、塩化ビニル-酢酸ビニル系結合剤樹脂溶液中に、このアルミナ微粒子を入れてニーダで混練し、さらに溶剤を混合して希釈後、サンドミル分散し、最後にウレタン系結合剤樹脂、添加剤を加えて、混合分散して研磨塗料を調製した。

この研磨塗料を厚さ $12\text{ }\mu\text{m}$ のポリエステルフィルム上に乾燥厚さが $5\text{ }\mu\text{m}$ となるように塗布、乾燥して研磨層を形成し、所定の幅に裁断して研磨テープをつくった。

比較例 1

実施例 1 における磁性塗料の調製において、磁性粉末のサンドミル分散を除いた以外は、実施例 1 と同様にして磁性塗料を調製し、磁気テープをつくった。

比較例 2

実施例 2 における磁性塗料の調製において、磁性粉末のサンドミル分散を除いた以外は、実施例 2 と同様にして磁性塗料を調製し、磁気テープをつくった。

比較例 3

実施例 3 における研磨塗料の調製において、アルミナ微粉末のサンドミル分散を除いた以外は、実施例 3 と同様にして研磨塗料を調製し、研磨テープをつくった。

比較例 4

実施例 4 における磁性塗料の調製において、磁性粉末のサンドミル分散を除いた以外は、実施例 4 と同様にして磁性塗料を調製し、磁気テープをつくった。

比較例 5

実施例 5 における研磨塗料の調製において、アルミナ微粉末のサンドミル分散を除いた以外は、実施例 5 と同様にして研磨塗料を調製し、研磨テープをつくった。

各実施例および比較例得られた磁気テープおよび研磨テープについて、下記の方法で耐久性、RF出力および表面仕上がり度を調べた。

〈耐久性〉

市販 VTR を使用し、 -5°C の恒温室中で静止画像再生を行った時の出力が 3 dB 低下するまでの時間を測定することにより判定した。

〈RF出力〉

5 MHz の信号を一定レベルで記録したのち、再生したときの出力を測定し、比較例 1 のテープを基準(0 dB)とする相対値にて示した。ただし、

第 1 表

実施例 1 および比較例 1 は磁性材料の材質が実施例 2 および比較例 2 のものと異なるので上記相対値のほか比較例 2 を基準としてときの相対値をも括弧内に併記した。

(表面仕上り度)

研磨テープを、SUS304φ4ビンの周囲に巻きつけ角度90度で巻きつけ、研磨テープの一端を固定し、他端に20gの荷重をかけた状態で、SUS304φ4ビンを相対速度60cm/secで1分間回転して研磨し、表面の中心線平均粗さRaを表面粗さ計により測定して、表面仕上り度を調べた。

下記第1表はその結果である。

	耐久性 (分)	R F 出力 (dB)	表面仕上り度 (μm)
実施例 1	120	+2.3	—
〃 2	100	+3.5(+2.5)	—
〃 3	—	—	0.07
〃 4	200	+2.8	—
〃 5	—	—	0.05
比較例 1	20	0	—
〃 2	15	+1.0(0)	—
〃 3	—	—	0.22
〃 4	30	0	—
〃 5	—	—	0.20

(発明の効果)

上記第1表から明らかのように、この発明で得られた磁気テープ（実施例1，2，4）は、比較

例1，2，4で得られた磁気テープに比し、耐久性がよくて、RF出力が高く、このことからこの発明の方法によれば、微粉末が極めて良好に、かつ効率よく分散された塗料が得られ、塗料が磁性塗料である場合は、磁性粉末が極めて良好に、かつ効率よく分散された結果、この磁性塗料を塗布して得られる磁気記録媒体は、機械的特性および電気的特性が充分に向上されていることがわかる。また、この発明で得られた研磨テープ（実施例3，5）は、比較例3，5で得られた研磨テープに比し、表面仕上がり度がよく、このことからこの発明の方法によれば、研磨剤が極めて良好に分散された結果、この研磨塗料を塗布して得られる研磨テープは、機械的特性とともに研磨特性が充分に向上されていることがわかる。

特許出願人 日立マクセル株式会社

代 理 人 高 岡 一

